

(A)10300650139



A

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 平3-197640

⑫ Int. Cl.<sup>3</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 平成3年(1991)8月29日  
C 22 C 27/02 103 7371-4K  
1/00 J 7727-4K  
1/02 H 7727-4K  
C 23 C 14/34 9046-4K  
審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑭ 発明の名称 高純度タンタル材とその製造方法及びそれを用いたタンタルターゲット  
フト

⑮ 特 願 平1-334805

⑯ 出 願 平1(1989)12月26日

⑰ 発 明 者 小 畑 聡 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合  
研究所内

⑱ 発 明 者 小 崎 佳 子 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合  
研究所内

⑲ 出 願 人 株式会社東芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

⑳ 代 理 人 弁理士 則近 憲佑 外1名

明 細 書

1. 発明の名称  
高純度タンタル材とその製造方法及び  
それを用いたタンタルターゲット

2. 特許請求の範囲

(1) 炭素含有量が50ppm以下、鉄、ニッケル、  
クロムの各元素の含有量が0.05ppm以下であるこ  
とを特徴とする高純度タンタル材。

(2) ヨウ化物分解法により精製したタンタル  
を $5 \times 10^{-4}$ abar以下の真空中で精製することを特  
徴とする請求項1記載の高純度タンタル材の製造  
方法。

(3) 電子ビーム溶融法により精製することを  
特徴とする請求項2記載の高純度タンタル材の製  
造方法。

(4) 請求項1記載の高純度タンタル材を用い  
てなることを特徴とするタンタルターゲット。

3. 発明の効果等説明

(発明の目的)

(産業上の利用分野)

本発明は、半導体装置に使用される高純度タ  
ンタルとその製造方法及びそれを用いたスバッ  
タターゲットに関する。

(従来の技術)

現在、VLSIの各種キャパシタ材料として、  
SiO<sub>2</sub>に代わり酸化タンタル(Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 薄膜が検討さ  
れている。Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>はSiO<sub>2</sub>に比べて約6倍の比誘電率  
を持つので、キャパシタ面積を小さくすることが  
できる。しかしTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>はSiO<sub>2</sub>に比べリーク電流が  
大きい。あるいは薄膜化したときに高抵抗な比誘  
電率が下がってしまう、等の理由から、これまで  
使われなかった。このTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜は反応性スバッ  
タリング法、CVD法などにより成膜されるが、  
反応性スバッタリングの場合には、タンタルター  
ゲットを用いてフルゴン、酸素混合気体中スバッ  
タリングを行ない成膜される。

一方VLSIの電極材料として、Mo、Wなどの  
高融点金属シリサイドが使われてきているが、次  
期の電極材料としてTaシリサイドが検討されてき  
ている。Taシリサイド膜を形成するには、いくつ

特開平3-197640 (2)

かの方法があるが、多結晶シリコン上にTe膜をつけ、その後シリコンとTeを反応させ自己整合的にTeシサイドを形成する際には、純Teターゲットが使われる。

一般にVLSIに用いられる金属材料中の次のような不純物は素子に悪影響を及ぼすので、高純度であることが要求される。

- a. Na, K等のアルカリ金属(界面活性の強化)
- b. U, Th等の放射性元素(ソフトエラー)
- c. Fe, Cr等の重金属(界面活性のトラブル)

ところで、現在工業的に調製されているタンタルターゲットは、電解法などにより精製したタンタルを溶融してタンタルインゴットとし、それをターゲットに加工している。しかしながら、上述の元素を多量に含有しているためLSI用としては使用できない。これらの元素は高純度でも素子の特性に悪影響を及ぼすので、さらにタンタルを高純度化し、これを用いたタンタルターゲットを高純度化させる必要がある。

(発明が解決しようとする課題)

ってきている。このようなことを背景に、次世代材料系は、電気抵抗が低いことが求められる。ところで、高純度金属シリサイド膜中の不純物は、電気抵抗を増加させる。特に近年、成膜プロセス中の汚染が非常に少なくなり、ターゲット中の不純物がそのまゝ膜中の不純物濃度に反映するようになってきている。そこで我々は、Teターゲット中の不純物濃度と反応性Teシリサイド膜の比抵抗の関係を詳細に調べた。

まず多結晶シリコン上に0.1μmのTe膜を成膜し1000℃でランプアニールしTeシリサイド膜を形成した。Teターゲットの不純物濃度は、それぞれ30ppm, 50ppm, 100ppm, 250ppm, 400ppmである。他の不純物は、ほぼ同等の濃度である。このようにして成膜したTeシリサイド膜の比抵抗と不純物濃度の関係を示したのが、第1図である。この結果から明らかにように不純物を100ppm以上含むと比抵抗が不純物濃度の増加とともに高くなる。このように、反応性Teシリサイド膜の比抵抗を低く抑えるには、Teターゲット中の不純物濃度は、50

ppm以下の状態で製造したタンタルは不純物濃度が低く、LSI用材料として使用できない。そこで、本発明では半導体装置に使用可能な高純度タンタル材とその製造方法及びそれを用いたタンタルターゲットを提供することを目的とする。

(発明の構成)

(課題を解決するための手段)

すなわち、本発明は、不純物含有量が50ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量が0.01ppm以下であることを特徴とする高純度タンタル材及びこれを用いたタンタルターゲットである。

さらに本発明は、この高純度タンタル材の製造方法であって、ヨウ化物分解法により調製したタンタルを5×10<sup>-6</sup>abar以下の真空中で焼結することを特徴とする高純度タンタル材の製造方法である。

(作用)

LSIの集積度の上昇、素子の微細化に対応して、電気抵抗の増大による信号遅延が問題にな

ppm以下でなければならない。

一方SiO<sub>2</sub>に代わる誘電キャパシタ材料としてTeO<sub>2</sub>を用いる場合、最も大きい問題は、リーク電流が大きい点である。最近リーク電流がターゲット中の不純物濃度と関連のあることがわかってきた。特に厚膜が非常に薄くなってきた場合に、微量不純物の影響が顕著になってくる。そこでリーク電流に与える重金属不純物の影響について調べるため、製造プロセスの異なる3種類のターゲットを用いて反応性スパッタによりTeO<sub>2</sub>薄膜を作製した。それぞれの鉄、ニッケル、クロムの濃度を第1表に示す。

第 1 表

	Fe	Ni	Cr	Al	Ru	Pt
ターゲット A	<0.05	<0.05	0.05	<0.1	<0.01	0.01
ターゲット B	0.2	0.1	0.2	<0.1	<0.01	0.01
ターゲット C	10	5	15	<0.1	<0.01	0.01

この第1表に示した以外の元素の濃度はA、B、

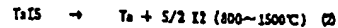
特開平3-197640 (3)

C系にはば同等である。またその厚さは、すべて約15 $\mu$ mとした。このそれぞれの膜の電圧とリーク電流密度の関係を第2図に示す。故、ニッケル、クロムの濃度が最も低いターゲットAを用いて成膜したTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>は、ターゲットB、Cを用いたものに比べてリーク電流が極めて低く金属元素の透過が、リーク電流を抑えるのに有効であり、それぞれの濃度を1.15ppm以下とする必要がある。

このようにVLSI用のタンタルターゲットは、ナトリウム、カリウムおよびウラン、トリウムの低濃度金属であるが、酸素、重金属元素の濃度も低くしなければならない。こうした仕様の満たす高純度ターゲットは以下のようなプロセスにより製造することができる。

上述のような高純度タンタルターゲットは、ヨウ化物分解法と電子ビーム溶融を組み合わせることでより製造した高純度タンタル棒より得ることができる。このヨウ化物分解法は化学還元法の一つであり、タンタルをはじめチタン、ジルコニウム、ハフニウム等の遷移金属の精製に使用される

方法である。反応は式(1)、(2)の反応を利用して行われる。



すなわち、タンタルはヨウ素と300～700℃の温度でTaI<sub>5</sub>を生成する(式(1))。さらにTaI<sub>5</sub>は800～1500℃の高温で反応の式に示すようにタンタルとヨウ素に分解する性質を有する。第3図は、このヨウ化物分解法による高純度タンタルの製造装置の一例である図中の1は、原料のタンタル4とヨウ素5を収容する反応容器である。2はフィラメントであり、Ta、Thの換気子を介して電極6に接続され、通電加熱により800～1500℃の温度に加熱される。反応容器内は低真空3の中に含まれ、300～700℃に保持される。この温度範囲においては、前述のように式(1)の反応によって、タンタルとヨウ素が反応してTaI<sub>5</sub>を生成する。TaI<sub>5</sub>はフィラメント上で式(2)に従いヨウ素とタンタルに分解し、フィラメント上にタンタルが析出し、3

トに仕上げる。

(実施例)

第3図に示すハステイ型の反応容器内に原料として市販のタンタルとヨウ素を入れ、約550℃に加熱した低真空槽の中にいた。直径2.0mmのタンタル製フィラメントを電流通電加熱により約1000℃に加熱しフィラメント上にタンタルを析出させた。105時間後フィラメントが直径25mmまで成長した。このようにして製造した高純度タンタルを1×10<sup>-6</sup>torrの高真空中で電子ビーム溶融を行いさらに精製した。その後製造、機械加工によりターゲットに仕上げた。原料、ヨウ化物分解法、電子ビーム溶融後の分析値を第2表に示す。

(以下空白)

ヨウ素は再び原料のタンタルと反応してタンタルをフィラメント上に蒸着。この際に、原料のタンタル中の不純物はタンタルよりヨウ素との反応性が低いため原料中に残存し、原理的には純粋なタンタルのみがフィラメント上に蒸着される。ヨウ化物分解法による高純度タンタルは、このような原理で精製が行われる。各種金属ヨウ化物の高真空は温度に大きく依存し、タンタルヨウ化物の生成温度(300～700℃)においてはH<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、U、Th、Pa、Crのヨウ化物の高真空は通常に比しこれより精製効率が高くなる。

一方、電子ビーム溶融法は、高真空の腔を利用して不純物を分離する方法である。特に高真空の高いナトリウム、カリウムなどは精製効率が非常に高い。前述したヨウ化物分解法で精製されたチタンは、電子ビーム溶融によりさらに精製される。腔は、5×10<sup>-6</sup>torr以下の高真空中で行われるため酸素や窒素による汚染も少なく高純度のタンタルインゴットを作ることができる。このインゴットを製造、機械加工により任意の形状のターゲット

特開平3-197640 (4)

表 2	(μm)	Ta	0.05	<0.001	<0.001
		V	0.05	<0.001	<0.001
		K	2	<0.1	<0.1
		Si	1	<1	<1
		O	72	2	2
		Al	22	2	12
		Fe	12	2	<10
		Co	2	1	0.03
		Mn	2	2	<0.05
		Ca	2	1	<0.05
		注	ヨウ化物分解法		
		注	ヨウ化物分解法 + 電子ビーム照射法		

図は Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜のリーク電流の電界強さ依存性を示す特性図、第3図は従来のヨウ化物分解法の製造装置の概略図である。

- 1--反応容器、 2--フィラメント  
3--真空槽、 4--タンタル  
5--ヨウ素、 6--電極  
7a、7b--被覆子

代理人 丹野士 周 近 藤 啓  
明 山 光 之

この表に示されているように、ヨウ化物分解法と電子ビーム照射法とを組合わせることにより、各々の元素の含有量を大幅に低減することができる。

次いでこのターゲットを用いて多結晶シリコン上に 0.1μm の Ta 薄膜をスパッタリング法により形成し 1000℃ でランプアニールし Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> シリサイド膜を作製した。4 端子法により膜の比抵抗を測定したところ 35.1 μΩ の値であった。

また、上述のターゲットを用いて反応性スパッタにより Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 膜を形成し、電界をかけてその時のリーク電流を測定したところ、2.5 μV の時  $1 \times 10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup> のリーク電流密度であった。

#### 【発明の効果】

本発明によれば、ヨウ化物分解法によりタンタルを電子ビーム照射することにより、従来よりさらに高純度のタンタル材を製造することができ、これより高純度のタンタルターゲットが得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は反応性 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> シリサイド膜比抵抗と Ta ターゲット中のヨウ素濃度の関係を示す特性図、第2

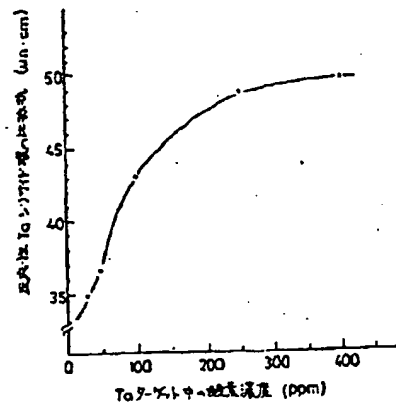
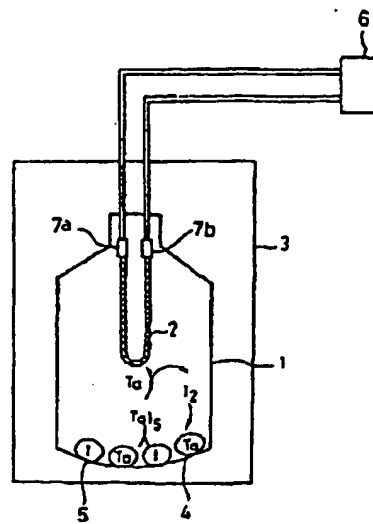
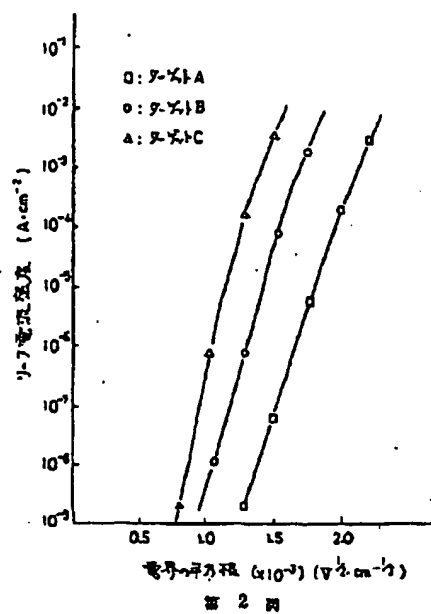


図 1 図

特開平3-197640(5)



May 10 00 03:20p

Hugh L. Burleson

[425] 746-9799

P.2

JP 03-197640 1

Patent JP403197640A

[Translation]

(19) Japan Patent Office (JP)

(12) Patent Release (A)

(11) Patent Application Release

Hei.3 (1991)-197640

(43) Release Date: Aug. 29, 1991

(51) Int.Cl <sup>5</sup>	Identification No.	Agency Control No.
C 22 C 27/02	103	7371-4K
1/00	J	7727-4K
1/02	H	7727-4K
C 23 C 14/34		9046-4K

Examination Request: Not yet requested  
Items in Application: 4 (Total 5 pages)

---

(54) Name of Invention: Very Pure Tantalum Material, its  
Method of Manufacture and its  
Use in Tantalum Targets

(21) Patent Application: Hei.1(1989)-334805

(22) Date Requested: December 26, 1989

(72) Inventor: Minoru Obata  
c/o Toshiba Corp. General Labs  
#1 Komukai-Toshiba-cho  
Saiwai-ku, Kawasaki City  
Kanagawa Prefecture [Japan]

(72) Inventor: Toshiko Kobanawa  
[ same address ]

(71) Applicant: Toshiba Corp., Ltd.  
72 Horikawa-cho, Saiwai-ku  
Kawasaki City, Kanagawa Pref.  
[Japan]

(74) Agent: Norisuke Sadachika, Patent Attorney  
(and 1 other)

#### Specifications

1. Name of Invention: Very Pure Tantalum Material, its  
Method of Manufacture and its  
Use in Tantalum Targets

JP 03-197640 2

## 2. Scope of Patent Application

(1) A high-purity tantalum material characterized by its oxygen content being 50ppm or less, and its content of the elements iron, nickel and chrome being 0.05ppm or less.

(2) A method of manufacturing the high-purity tantalum material described in Application Item 1, characterized by tantalum refined by iodide decomposition, being fused in a vacuum of  $5 \times 10^{-5}$  mbar or less.

(3) A method of manufacturing the high-purity tantalum material described in Application Item 2, characterized by fusing it by the electron-beam fusion method.

(4) A tantalum target characterized by using the high-purity tantalum material described in Application Item 1.

## 3. Detailed Explanation of Invention

### Purpose of Invention

**Field for Commercial Utilization:** This invention relates to high-purity tantalum used in semiconductor devices and to its method of manufacture and use as a sputtering target.

**Usual Technology:** Currently, thin tantalum oxide ( $Ta_2O_5$ ) film is being studied as a VLSI storage capacitor material in lieu of  $SiO_2$ .  $Ta_2O_5$  has a specific [illegible] about six times that of  $SiO_2$ , thus enabling one to make the capacitor area smaller. However, tantalum oxide gives more current leaks than silicon dioxide, and its effective specific [illegible] declines when it is made into thin film. For such reasons it has not been used heretofore. This thin tantalum oxide film is formed by such methods as reactive sputtering or CVD. In reactive sputtering it is formed by sputtering in a mixed argon/oxygen atmosphere with a tantalum target.

For the VLSI's electrode material, a high fusion-point metallic silicide such as tungsten is being used; but tantalum silicide is being considered as the next electrode material. There are several ways to form tantalum silicide film. A pure tantalum target is used to form tantalum silicide by applying tantalum film to polysilicon and then causing the tantalum to react with the Si.

\* [Due to the poor original copy, subscript and superscript numbers and symbols often are illegible and are guessed at. Also some terms are illegible. Translator]

JP 03-197640 3

Impurities such as the following in metallic material generally used in VLSIs adversely affect them, so that a high purity is required:

- a. Alkaline metals such as Na & K (weaken interface traits)
- b. Radioactive elements such as U & Th (soft errors)
- c. Heavy metals such as Fe & Cr (interface junction trouble)

However, the tantalum now made commercially is tantalum ingot made by melting tantalum refined by such means as electrolysis and then processing it into targets. But, it is unusable for LSIs, as it contains the above-described elements in quantity. Even in minute quantities, these elements have an adverse effect on the traits of [semiconductor] elements. So, it has become even more necessary to manufacture tantalum targets in which the tantalum is further purified.

**Problem the Invention Seeks to Resolve:** Tantalum produced by the usual techniques has a high impurity content and cannot be used as LSI material. So, this invention has the purpose of providing high-purity tantalum material useable in semiconductor devices and a method to manufacture it and the tantalum targets which use it.

#### **Makeup of the Invention**

**Means to Resolve Problems:** That is, this invention is a high-purity tantalum material and tantalum targets using it which are characterized by an oxygen content of 50ppm or less and iron, nickel and chrome elements at 0.05ppm or less content.

This invention also is a method of manufacturing this high-purity tantalum, a method characterized by using the iodide decomposition method to break down commercial tantalum in a vacuum of  $5 \times 10^{-6}$  mbar.

#### **Effects**

With the degree of integration in LSIs increasing and elements being miniaturized, signal [illegible] from increased electrical resistance is becoming a problem. In such a context, the next electrode material being sought will have low electrical resistance. And yet, oxygen in high fusion-point metallic silicide films raises electrical resistance. Particularly in recent years, contamination in the film-production process has become very slight, with impurities in the targets reflecting impurity concentrations



JP 03-197640 4

in the film. So, we carefully investigated oxygen concentrations in the tantalum and the specific resistance of the reactive tantalum silicide.

We first formed an 0.1 $\mu$ m tantalum film on polysilicon and lamp-annealed at 1000°C to form a tantalum silicide film. The oxygen concentrations in the tantalum targets were respectively 30ppm, 50ppm, 100ppm, 250ppm and 400ppm. Other impurities were in nearly equal concentrations. This showed a connection between the specific resistance of the tantalum silicide film we had formed and the oxygen concentration, as in Table 1. As is clear from this result, when oxygen is present at 100ppm or more, specific resistance rises as the oxygen concentration rises. This means that to keep the reactive tantalum silicide film's specific resistance low, the oxygen concentration in tantalum targets must be 50ppm or less.

Table 1

	Fe	Ni	Cr	Al	Mn	Mg
Target A	<0.05	<0.05	0.05	<0.01	<0.01	0.01
Target B	0.2	0.1	0.2	<0.1	<0.01	0.01
Target C	10	5	15	<0.1	<0.01	0.01

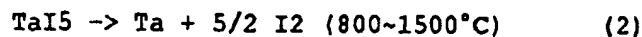
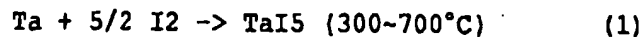
When tantalum oxide is used as storage capacitor material in lieu of silicon dioxide, the biggest problem is that leaking currents are greater. Quite recently it was found that leaking currents are related to impurity concentrations in the targets. Particularly if such concentrations are extreme, the effects of minute impurity amounts become conspicuous. So, to investigate the effects of heavy-metal impurities on leaking currents, we made thin tantalum oxide films by reactive sputtering, using three kinds of targets by different fabrication processes. Their respective nickel and chrome concentrations are shown in Table 1.

The concentrations of elements other than those shown in this Table 1 were nearly identical in A, B and C. Also, the film thickness of all was about 15nm. The relationship between their respective film fields and the density of leaking currents is shown in Table 2. Compared to what was used in targets B and C, tantalum oxide made into film used in target A, which had the lowest concentration of iron, nickel and chrome, has very low leaking currents; and the reduction of heavy metallic elements effectively restrains leaking currents. So, their concentration needs to be 0.05ppm or less.

JP 03-197640 5

Thus, tantalum targets for VLSIs need reductions in sodium, phosphorus, uranium and thorium; but reductions must also be made in concentrations of oxygen and heavy metal elements. High-purity targets meeting such specifications can be produced by the following processes.

The above-described high purity tantalum targets can be obtained from high-purity tantalum material produced by combining the iodide decomposition method and electron beam melting. This iodide decomposition method is a kind of chemical transport and is used to refine tantalum as well as titanium, zirconium, hafnium and other active metals. The refining is done using the following reactions (1) and (2).



That is, with the iodine, tantalum at 300~700°C forms TaI<sub>5</sub> (Equation 1). And, TaI<sub>5</sub> has the nature of breaking down into elemental tantalum at temperatures of 800~1500°C, as shown in equation (2). Figure 3 is a diagram of one example of the device for producing high-purity tantalum with this iodide decomposition method. In the figure, 1 is a reaction vessel containing raw tantalum 4 and elemental iodine 5. 2 is a filament connected to power source 6 by connectors 7a and 7b. Heating to 800~1500°C is done electrically. The entire reaction vessel is put into heat-resistant vat 3 and kept at 300~700°C. In this temperature range the above-described equation (1) reaction causes the tantalum and iodine to react and produce TaI<sub>5</sub>. TaI<sub>5</sub> on the filament will break down into iodine and tantalum as in equation (2) and be deposited. The iodine again reacts with the tantalum, which is transported to the filament. Now impurities in the raw tantalum will remain in the raw material, being less reactive with iodine than the tantalum, so that in principle only pure tantalum is transported to the filament. Very pure tantalum from the iodide decomposition method is refined by this principle. The [illegible] pressure of metallic iodides depends greatly on temperature; and at temperatures (300~700°C) producing the tantalum iodide the [illegible] pressure of the iodides of K, U, Th, Fe and Cr is very low so that the refining effect becomes high.

On the other hand, electron-beam decomposition is a way to break down impurities by using differences in [illegible] pressure. Sodium and phosphorus, with a high [illegible] pressure, have an especially high refining effect. Titanium refined by the above-described iodide decomposition can be further refined by electron-beam decomposition. Because it

JP 03-197640 6

is done in a high vacuum of  $5 \times 10^{-6}$  mbar, fusing can make high-purity tantalum ingots with little contamination by oxygen or nitrogen. By manufacturing and mechanical processing of such ingots, one can complete tantalum targets of any shape.

### Application Example

We placed commercial tantalum and iodine into the Hasteroi [per Japanese phonetics -- Translator] reaction vessel shown in Figure 3 and heated them in a [illegible] vat to about 550°C. Heating a tantalum filament 2.0mm in diameter to 1000°C by directly passing an electrical current through it, we caused the tantalum to deposit [?? Assumed from context. --Translator] on the filament. After about 105 hours, the filament had grown to a diameter of 25mm. High-purity tantalum thus produced was further refined by doing electron-beam decomposition in a vacuum of  $1 \times 10^{-6}$  mbar. Then we processed it mechanically to finish it into tantalum targets. Table 2 shows the amounts deposited after electron-beam fusing following the raw material/iodide decomposition.

Table 2

	Fe	Ni	Cr	Nb	N	O	Na	K	U	Th
Raw material	40	20	36	120	200	770	3	3	0.05	0.05
After iodide decomposition	1	2	1	30	20	40	<.1	<.1	<.001	<.001
After iodide decomp. + electron beam fusing	<.05	<.05	.05	<10	10	30	<.1	<.1	<.001	<.001

As shown by this table, one can greatly reduce the content of the respective elements with a combination of iodide decomposition and electron-beam fusing.

We then used these targets and sputtering to form an 0.1mm Ta film on polysilicon and lamp-annealed it at 1000°C to form the tantalum-silicide film. We used the four-terminal method to measure the film's specific resistance and found  $35.2 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ .

Again, using the above-described targets, we did reactive sputtering to form  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  film. We applied an electrical field to measure the leaking current at that time and got a leaking current density of  $1 \times 10^{-3} \text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  at 2.5μV.

JP 03-197640 7

**Eff ctiven ss f Invention**

With this invention, tantalum made by iodide decomposition is subjected to electron-beam fusion to enabl the manufac-  
ture of tantalum material of higher purity than by the usual  
process and yield tantalum targets of high purity.

**4. Simple Explanation of Figures**

Figure 1 is a graph showing the relationship between the  
specific resistance of reactive tantalum silicide film and  
oxygen concentrations in tantalum targets.

Figure 2 is a graph showing the interdependence of tantalum  
oxide film's leaking currents and field strength.

- 1 ..... Reaction vessel
- 2 ..... Filament
- 3 ..... [illegible] vat
- 4 ..... Tantalum
- 5 ..... Iodine
- 6 ..... Power source
- 7a, 7b .. Connectors

Agents: Norisuke Sadachika, Patent attorney  
Yoshiyuki Matsuyama " "

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

---

**As rescanning these documents will not correct the image  
problems checked, please do not report these problems to  
the IFW Image Problem Mailbox.**